

均匀沉淀法制备铝酸锶发光材料及其性能

陈国华^{1,2}, 刘心宇^{1,2}, 陈丽洁¹

- (1. 桂林电子科技大学 信息材料科学与工程系, 桂林 541004;
2. 广西信息材料重点实验室, 桂林电子科技大学, 桂林 541004)

摘 要: 采用均匀沉淀法制备铝酸锶基质长余辉发光材料。用热重分析仪(TG)、红外光谱仪(IR)、X 射线衍射仪(XRD)、扫描电镜(SEM)和荧光分光光度计对前驱体沉淀产物和焙烧样品进行表征。结果表明: 前驱体沉淀产物主要是 SrCO_3 和无定形 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 。经过焙烧后, 未添加硼酸的样品为单一的 SrAl_2O_4 相; 添加 0.3 mol 硼酸的样品为 SrAl_2O_4 和 $\text{Sr}_4\text{Al}_{14}\text{O}_{25}$ 相共存; 添加 0.8 mol 硼酸的样品中, SrAl_2O_4 相消失, 仅有 $\text{Sr}_4\text{Al}_{14}\text{O}_{25}$ 相存在。与不加硼酸的样品相比, 添加硼酸的样品的焙烧温度降低, 晶粒长大, 激发光谱和发射光谱强度增强, 并且发射光谱发生了蓝移, 余辉强度和时间也明显增加。但是过量的硼酸加入会降低材料的发光强度。

关键词: 长余辉发光材料; 均匀沉淀法; 尿素; 硼酸; 铝酸盐

中图分类号: TG 146.45

文献标识码: A

Synthesis of strontium aluminate luminescent materials by homogeneous precipitation method and its properties

CHEN Guo-hua^{1,2}, LIU Xin-yu^{1,2}, CHEN Li-jie¹

- (1. Department of Information Material Science and Engineering, Guilin University of Electronic Technology, Guilin 541004, China;
2. Guangxi Key Laboratory of Information Materials, Guilin University of Electronic Technology, Guilin 541004, China)

Abstract: Strontium aluminate long persistence phosphors were prepared through homogeneous precipitation method. The precursor and calcined samples were characterized by TG, IR, XRD, SEM and spectrophotofluorometer. The results show that the precursor precipitate consists of SrCO_3 and amorphous $\text{Al}(\text{OH})_3$. Only SrAl_2O_4 phase is observed in the calcined sample without boric acid. The crystalline phases SrAl_2O_4 and $\text{Sr}_4\text{Al}_{14}\text{O}_{25}$ coexist in the sample containing 0.3 mol boric acid. With increasing boric acid amount to 0.8 mol, the single-phase $\text{Sr}_4\text{Al}_{14}\text{O}_{25}$ occurs. Compared with the sample without boric acid, the samples with boric acid show that the calcining temperature decreases and the average particle size obviously increases. The intensities of exciting spectra and emitting spectra markedly enhance, the emitting spectra show blue shift, and the long-lasting time and intensity also distinctly increase. However, the excessive addition of boric acid will decrease the emission intensity of the luminescent materials.

Key words: long persistence luminescent material; homogeneous precipitation method; urea; boric acid; aluminate

长余辉发光材料(又称夜光磷光体)是指在光源激发下能吸收光能并将能量储存起来, 并且以光的形式将能量慢慢释放的一种功能材料。在众多长余辉发光

材料中, 稀土激活的碱土铝酸盐发光材料具有白昼蓄光、夜间发光的长期循环蓄光、发光的特点, 而且余辉亮度高、余辉维持时间长(≥ 12 h)、性能稳定、无毒

基金项目: 广西自然科学基金资助项目(0339066); 广西高校人才小高地创新团队基金资助项目(BGXZ2007003)

收稿日期: 2008-08-13; 修订日期: 2008-12-30

通讯作者: 陈国华, 教授, 博士; 电话: 0773-5601434; E-mail: chengh@guet.edu.cn; cgh1682002@163.com

害、无污染等优异性能,因此广泛应用于夜间应急指示、仪表显示、低度照明、家庭装饰及国防军事(如夜行地图)等诸多领域^[1-4]。目前碱土铝酸盐基质长余辉发光材料通常使用固相烧结法制得,但该方法存在合成温度较高,原料组分不易混合均匀,晶粒粗大,经磨细后会使得发光性能大幅下降等缺点^[5-8]。采用均匀沉淀法制备的发光材料具有合成温度低、组成均匀、纯度高、颗粒细等优点,是一种新型制备发光材料的方法,日益引起人们的关注^[9-12]。目前,有关采用均匀沉淀法制备碱土铝酸盐基质长余辉发光材料的文献报道还比较少。

本文作者以尿素为沉淀剂,采用均匀沉淀法合成铝酸盐基质发光粉体,对粉体的形貌和相组成进行表征,研究添加硼酸对发光材料的相组成、激发和发射光谱及长余辉性能的影响。

1 实验

1.1 实验原料

本实验所用原料 $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ 、 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 、 $\text{NH}_3\text{H}_2\text{O}$ 、 H_3BO_3 、 HNO_3 、 $(\text{NH}_2)_2\text{CO}$ 和 $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 均为分析纯, Eu_2O_3 和 Dy_2O_3 的纯度分别大于 99.99% 和 99.9%。

1.2 实验过程

先将晶体 $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ 和 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 溶解在水溶液中,并用浓硝酸溶解 Eu_2O_3 和 Dy_2O_3 成为一定浓度的溶液,然后按化学计量比 ($n(\text{Sr}):n(\text{Al}):n(\text{Eu}):n(\text{Dy})=1:2:0.01:0.02$) 将 $\text{Eu}(\text{NO}_3)_3$ 、 $\text{Dy}(\text{NO}_3)_3$ 、 $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ 、 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 和 $(\text{NH}_2)_2\text{CO}$ (尿素) 配成混合液。混合液置于 DF-101S 集热式恒温加热磁力搅拌器中进行合成反应,控制水浴温度为 $100\text{ }^\circ\text{C}$,反应时间 8 h,终值 pH 控制在 8.2 左右。将生成的沉淀静置 12 h 后进行真空抽滤,依次用去离子水和乙醇洗涤数次,抽干后,在 $100\text{ }^\circ\text{C}$ 烘箱中烘干。烘干的沉淀物中不加或加入少量硼酸(硼酸加入量为 Sr 的摩尔数),研磨混匀,然后放入马弗炉在一定温度下用弱还原气氛焙烧,焙烧温度为 $1\ 000\sim 1\ 250\text{ }^\circ\text{C}$,保温 0~4 h。

1.3 性能表征

用 WCT-2A 型差热天平分析沉淀物的质量损失过程,用 TENSOR27 型傅立叶变换红外光谱测量沉淀物的红外光谱,用 BRUKER 公司的 D8-ADVANCE 型 X 射线衍射仪对粉体进行物相分析,用 JSM-5610LV 型扫描电镜对样品进行形貌分析,用 FL3-P-TCSPC 型荧光分光光度计测定样品的激发光

谱和发射光谱,用余辉测试仪测量样品的余辉衰减曲线,激发波长为 365 nm,激发时间 15 min。

2 结果与讨论

2.1 Eu^{3+} 和 Dy^{3+} 共沉淀前驱体

混合溶液在磁力搅拌下进行加热回流,水浴温度 $100\text{ }^\circ\text{C}$ 。尿素水溶液在 $80\text{ }^\circ\text{C}$ 左右发生水解反应: $(\text{NH}_2)_2\text{CO} + 3\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{NH}_4\text{OH} + \text{CO}_2$ 。随着尿素分解量的增多,溶液的 pH 值上升,至溶液 $\text{pH} \approx 6$,开始产生沉淀。由于尿素分解生成的 OH^- 和沉淀消耗的 OH^- 平衡,溶液的 pH 值在相当长时间内恒定在 6 左右,直至 Sr^{2+} 、 Al^{3+} 、 Eu^{3+} 和 Dy^{3+} 沉淀完毕。此时若仍有尿素继续分解,则体系的 pH 值上升到 8.2。在 $\text{pH}=8.2$ 的条件下,沉淀凝聚成凝胶。多次实验确定了尿素的最佳加入量为理论用量的 4 倍,此时能得到纯 SrAl_2O_4 相。图 1 所示为反应时间为 8 h、pH 终值为 8.2 的沉淀前驱体的 SEM 像。由图可知,沉淀前驱体出现了一定的团聚,但总体上粉体较细,颗粒尺寸小于 $1\text{ }\mu\text{m}$ 。

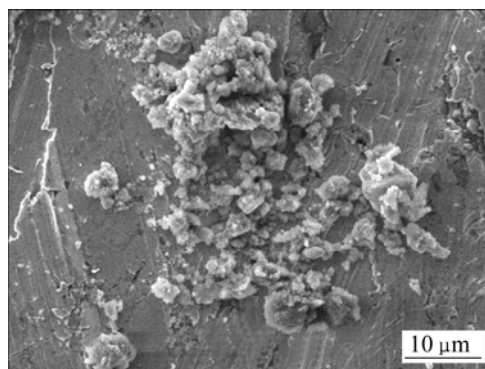


图 1 沉淀前驱体的 SEM 像

Fig.1 SEM image of precursor

尿素水溶液分解同时产生 OH^- 和 CO_3^{2-} 离子,此时产生的沉淀最有可能为碳酸盐和氢氧化物。对获得的前驱体做红外光谱(IR)、热重(TG)和 X 射线衍射(XRD)分析,结果证实前驱体为 SrCO_3 和 $\text{Al}(\text{OH})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 。图 2 所示分别为前驱体和焙烧产物的红外光谱。图 2 中 $3\ 500\text{ cm}^{-1}$ ^[9-10] 和 $1\ 633\text{ cm}^{-1}$ ^[9] 处的吸收带是吸附水的振动引起的,这个大吸收带也包含属于这个区间的产物中羟基振动吸收的贡献。 $1\ 384\text{ cm}^{-1}$ 处的吸收带归属为前驱体中硝酸根的吸收(可能硝酸根在洗涤过程中未完全洗净), $1\ 471\text{ cm}^{-1}$ ^[9] 附近出现的吸收带是由于 CO_3^{2-} 的振动所引起的, $1\ 250\text{ cm}^{-1}$ 以下的吸收谱带为 Sr—O 键、Al—O 键的吸收(见图 2(a))。前驱体产物经 $1\ 000\text{ }^\circ\text{C}$ 焙烧后,羟基振动吸收、 CO_3^{2-}

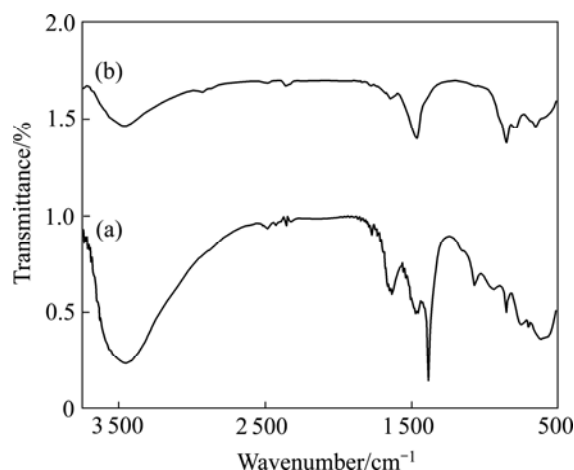


图 2 样品的红外光谱

Fig.2 FT-IR spectra of samples: (a) Precursor; (b) Product calcined at 1 000 °C

的振动吸收和硝酸根的吸收特征峰减弱或消失。

图 3 所示为前驱体产物的热重(TG)曲线, η 为质量损失率(%). 由图 3 可见, 从室温到 160 °C 左右, $\eta=10.1\%$, 这对应于 $\text{Al}(\text{OH})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 前驱体失去一份结晶水; 从 160 °C 开始至 600 °C 趋于平衡, 有一质量损失平台, $\eta=17.1\%$, 这对应于 $2\text{Al}(\text{OH})_3 \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3 + 3\text{H}_2\text{O}$; 800 °C 再次质量损失到 1 100 °C 趋于平缓, 这对应于 $\text{SrCO}_3 \rightarrow \text{SrO} + \text{CO}_2$, $\eta=14.8\%$, 累计总质量损失率为 42.0%(10.1+17.1+14.8=42.0%). 理论计算第 1 次质量损失率为 10.6%, 第 2 次质量损失率为 17.8%, 第 3 次质量损失率为 15.6%, 累计总质量损失率 44.0%, 实验结果与理论数据存在的差别可能与 SrCO_3 未分解完全以及存在少量的硝酸根有关。

图 4 所示为前驱体及 1 000 °C 不保温焙烧产物的 XRD 谱。由图 4 可见, 前驱体沉淀物的物相为

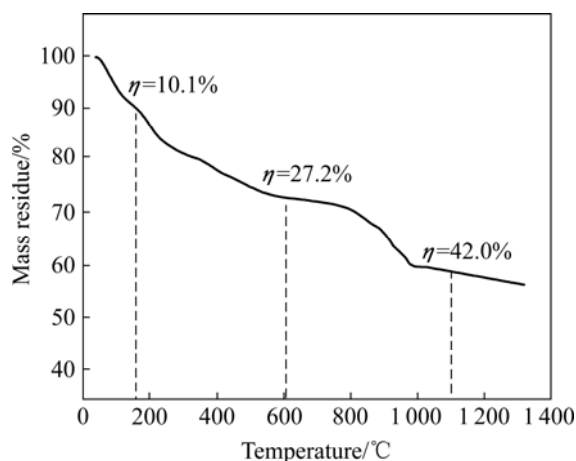


图 3 沉淀前驱体的热重曲线

Fig.3 TG curves of precursor

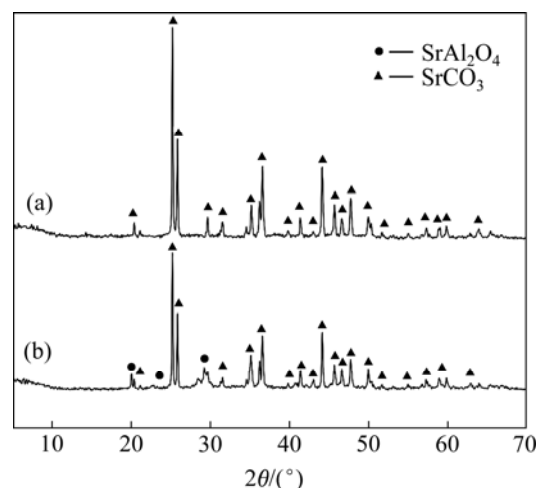
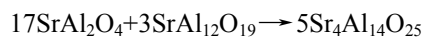
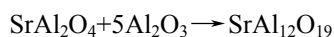
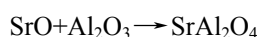
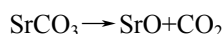
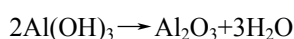


图 4 沉淀前驱体及 1 000 °C 不保温焙烧产物的 XRD 谱

Fig.4 XRD patterns of samples: (a) Precursor; (b) Product calcined at 1 000 °C for 0 h

SrCO_3 (JCPDS: 05-0418), 谱中未见 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 的衍射峰, 这是 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 沉淀物为无定形所致(见图 4(a)). 焙烧后产物的主相仍为 SrCO_3 , 出现了 SrAl_2O_4 相, 此时仍未观察到 Al_2O_3 的衍射峰, 可能是 Al_2O_3 处于无定形状态或结晶程度太低。已知 SrCO_3 的分解温度在 800~1 100 °C, 由于 1 000 °C 焙烧时没有保温, SrCO_3 无法分解完全, 生成的 SrO 量较少, 故 XRD 谱中只有少量的 SrAl_2O_4 衍射峰。结合 TG 和 XRD 分析, 认为加热过程中可能存在的反应如下:



2.2 添加硼酸对发光粉体相组成及形貌的影响

图 5 所示为经过 1 250 °C 焙烧后不同硼酸添加量的样品的 XRD 谱。由图 5 可知, 经过 1 250 °C 焙烧并保温 4 h 后, 未加硼酸的样品为单一 SrAl_2O_4 相; 添加 0.3 mol 硼酸的样品主相为 SrAl_2O_4 , 同时出现少量的第二相 $\text{Sr}_4\text{Al}_{14}\text{O}_{25}$; 添加 0.8 mol 硼酸的样品主相基本为纯 $\text{Sr}_4\text{Al}_{14}\text{O}_{25}$ 。研究认为, $\text{Sr}_4\text{Al}_{14}\text{O}_{25}$ 是通过 SrAl_2O_4 与 B_2O_3 反应形成的。 B_2O_3 容易与活性更高的 SrO 形成非晶态硼酸锶(玻璃相)化合物。同时, 硼酸锶也可能与 Al_2O_3 组分形成低共熔的硼酸铝锶化合物(无定形物质)。从 XRD 谱可看出, 随着硼酸的增加, 衍

射峰的背底(尤其低角度)明显增强, 这意味存在一定量的非晶相。XRD 谱显示有宽的衍射峰叠加在 $\text{Sr}_4\text{Al}_{14}\text{O}_{25}$ 晶相峰上, 表明存在非晶相(玻璃态)。无定形相的形成消耗了 Sr, 导致了过剩的 Al, 从而最终形成富铝相 $\text{Sr}_4\text{Al}_{14}\text{O}_{25}$, 而不是 SrAl_2O_4 , 这与 NAG 等^[13]和 CHANG 等^[14]的研究结果相吻合。硼酸锶和硼酸铝锶玻璃相的形成促进了质点的扩散和晶粒长大。可见, 硼酸的加入对主晶相的形成和稳定有重要作用。

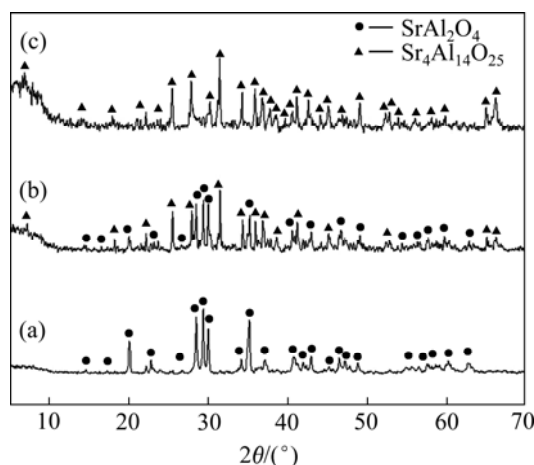


图 5 经过 1 250 °C 焙烧后不同硼酸添加量的样品的 XRD 谱
Fig.5 XRD patterns of samples with different H_3BO_3 additions calcined at 1 250 °C for 4 h: (a) 0 mol; (b) 0.3 mol; (c) 0.8 mol

图 6 所示为不同硼酸添加量的样品经 1 250 °C 焙烧后的 SEM 像。从图 6 可见, 不加硼酸时粉体的颗粒很细, 有部分团聚, 粒径小于 1 μm (见图 6(a)); 添加 0.8 mol 硼酸的样品粉体颗粒明显增大(见图 6(b)); 添加 0.8 mol 硼酸的样品表面明显有烧结现象, 表层的玻璃相遮盖了晶体(见图 6(c)), 这与 XRD 谱中的衍射峰背底强度增加相符合。采用 Scherrer 公式^[15]计算出不加硼酸的样品晶粒大小为 52.6 nm, 添加 0.8 mol 硼酸的样品晶粒大小为 65.0 nm, 可见硼酸能促进晶粒长大, 这与上述分析的结果及样品的 SEM 像相一致。

2.3 激发和发射光谱

图 7 所示为经 1 250 °C 焙烧后不同硼酸添加量的样品的激发和发射光谱。由图 7(a)可知, 激发光谱由宽谱组成, 添加硼酸的样品激发峰强度明显增强。同样, 发射峰强度也存在相似的规律, 且随硼酸的加入, 发射峰蓝移(见图 7(b))。从图 7 可知, 不加硼酸时, 样品的激发光谱峰值位于 347 和 359 nm, 发射光谱峰值位于 511 nm, 发光颜色为黄绿色; 添加 0.3 mol 硼酸量时, 样品的激发光谱峰值位于 368 nm, 发射光谱

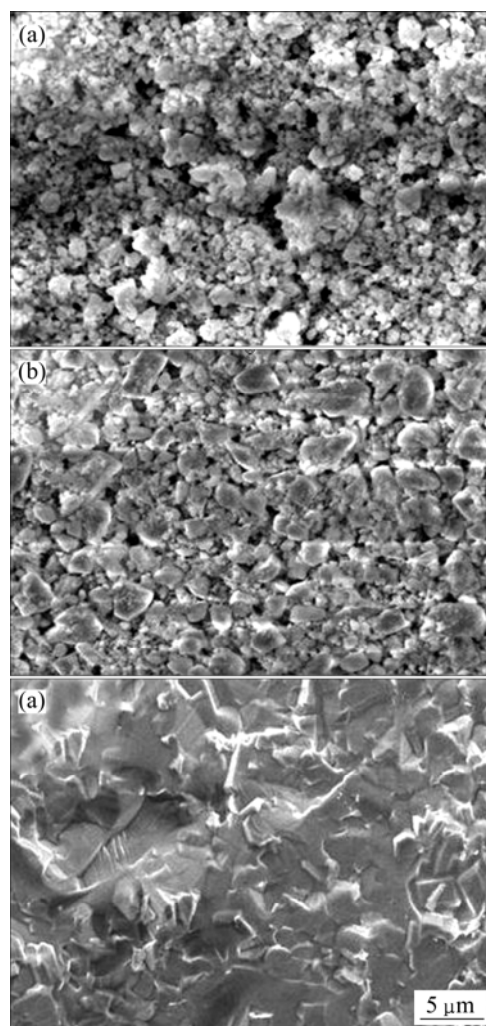


图 6 不同硼酸添加量的样品的 SEM 像

Fig.6 SEM images of samples with different H_3BO_3 additions calcined at 1 250 °C for 4 h: (a) 0 mol; (b) 0.8 mol; (c) 0.8 mol, surface

峰值位于 496 nm, 发光颜色为蓝绿; 添加 0.8 mol 硼酸时, 样品的激发光谱峰值基本不变, 发射光谱有两峰值, 分别位于 403 和 491 nm 处, 分别对应不同的 Eu^{2+} 发光中心, 发光颜色为蓝绿。由图 7(b)可见, 随着硼酸添加量的增加, 样品的发射峰向短波方向移动。 Eu^{2+} 激活的铝酸盐材料的发射光谱均是 Eu^{2+} 的 $5d \rightarrow 4f$ 跃迁所引起的宽带谱, 基质组分不同会使晶体场对 Eu^{2+} 发光中心的作用发生变化, 从而引起 Eu^{2+} 的发光带峰值随之改变。从图 5 可知, 添加 0.3 mol 硼酸的样品对应的基质为 SrAl_2O_4 和少量的第二相 $\text{Sr}_4\text{Al}_{14}\text{O}_{25}$; 添加 0.8 mol 硼酸的样品的基质相为 $\text{Sr}_4\text{Al}_{14}\text{O}_{25}$; 未加硼酸的样品的基质相为 SrAl_2O_4 。故发射峰向短波移动是基质相改变引起的。 SrAl_2O_4 具有扭曲变形的磷石英结构, Eu^{2+} 占据 SrAl_2O_4 基质中 Sr^{2+}

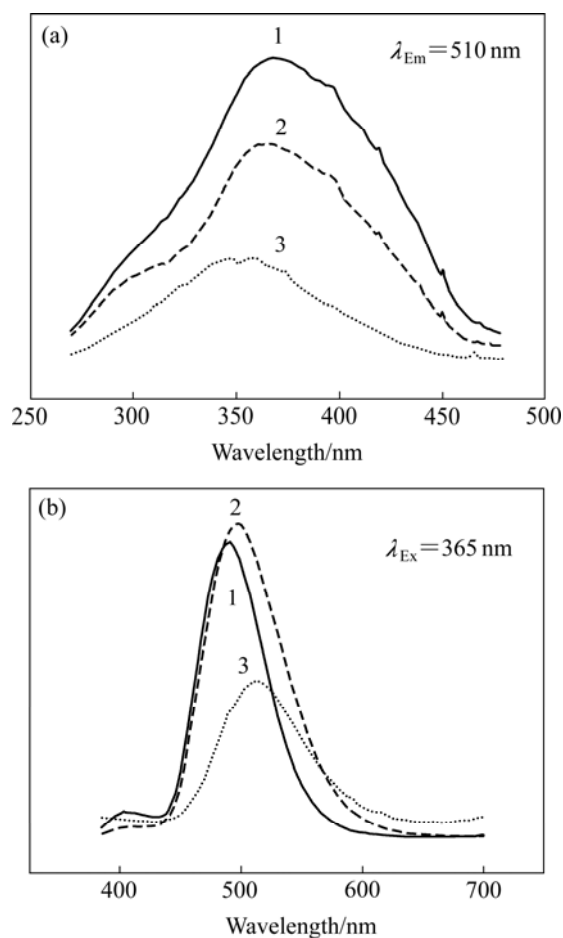


图 7 不同硼酸添加量样品的激发光谱(a)和发射光谱(b)

Fig.7 Exciting spectra (a) and emitting spectra (b) of samples with different H_3BO_3 additions: 1—0.8 mol; 2—0.3 mol; 3—0 mol

的位置具有较低的对称性, 这将导致 5d 轨道的分裂, 造成激发光谱有两个峰值(347 和 359 nm), 发射光谱有 1 个峰值(511 nm)。添加 0.8 mol 硼酸的样品的基质相为 $\text{Sr}_4\text{Al}_{14}\text{O}_{25}$, Sr^{2+} 在晶体中有两个不同的位置, 分别被部分的 Eu^{2+} 所替代, 它们在晶格中处于不同位置, 所受晶体场的作用不同, 因而 $f \rightarrow d$ 跃迁也不一样, 即晶体中有两个 Eu^{2+} 的发光中心。因此, 添加硼酸的样品的发射光谱存在 403 和 490 nm 两个发光带^[14]。从图 7(b)中看出, 不加硼酸的样品的发射峰强度远小于添加硼酸的样品的发射峰强度, 添加过多硼酸(0.8 mol)的样品的发射峰强度有所降低。可能的原因: 1) 添加硼酸后, 晶粒长大, 发育更加充分, 发光效率高, 对激发光反射小; 2) 不加硼酸的样品的晶相为 SrAl_2O_4 , 添加硼酸的样品的主相为 $\text{Sr}_4\text{Al}_{14}\text{O}_{25}$ 。相对于 SrAl_2O_4 : Eu^{2+} 和 Dy^{3+} 来说, $\text{Sr}_4\text{Al}_{14}\text{O}_{25}$: Eu^{2+} 和 Dy^{3+} 相是富铝体系, 同时也是富氧体系, 即晶格中每个 Sr^{2+}

的周围有更多的氧原子存在。当 Eu^{2+} 占据 Sr^{2+} 的晶格位置时, Eu^{2+} 的周围有更多的氧原子。氧具有较高的电负性, 使得 Eu^{2+} 的外层电子受到更大的静电引力(晶体场力), 电子能级发生劈裂的程度高于富锶体系。富铝体系的 5d 能级与基态能级的距离较远, 因而富铝体系在激发时吸收的能量和在辐射时跃迁放出的能量要比富锶体系高, 故发射峰强度较大^[16]。与添加 0.3 mol 硼酸的样品相比, 添加 0.8 mol 硼酸的样品的基质主相为 $\text{Sr}_4\text{Al}_{14}\text{O}_{25}$ 相, 但样品中存在的较多的玻璃态物质可能会影响样品的发射强度, 因此导致样品的发射强度有所降低。

2.4 余辉性能

图 8 所示为不同硼酸添加量对样品余辉性能的影响。业已知道, Eu^{2+} 的发光衰减过程是一个多种衰减过程的总和, 它是由快衰减和慢衰减过程所组成的, 而且两种衰减都符合 $I=At^{-n}$ 的规律^[1, 5]。由图 5 可知, 不加硼酸的样品的基质相为 SrAl_2O_4 , 添加 0.8 mol 硼酸的样品的基质相变为 $\text{Sr}_4\text{Al}_{14}\text{O}_{25}$ 。从图 8 中的余辉曲线可知, 添加硼酸的样品的余辉亮度和余辉寿命均要优于不加硼酸的样品的(添加 0.3 mol 硼酸的样品的余辉曲线与添加 0.8 mol 硼酸的样品的近似重合, 故未给出)。原因如下: 在富锶相中, 一方面过量的 Sr^{2+} 的存在不但会降低 Dy^{3+} 进入晶格的可能性, 而且会减小小晶格中 O、 Sr^{2+} 空位的密度和深度, 因而富锶基质材料的长余辉发光性能远不如富铝基质的; 另外, 从掺入晶格的 Dy^{3+} 的晶格环境来看, 在富铝体系中, Dy^{3+} 的周围有更多的 O^{2-} , 因而受到的静电引力要高于富锶体系, 使得电子陷阱 Dy^{3+} 深度比富锶体系中的高, 因而余辉发光性能更好。

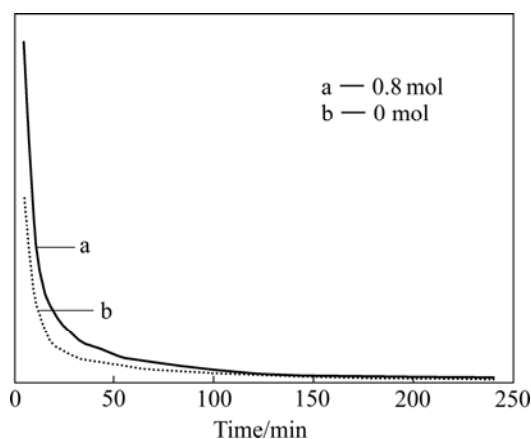


图 8 不同硼酸含量样品的余辉衰减曲线

Fig.8 Decay curves of samples with different H_3BO_3 additions

3 结论

1) 以尿素为沉淀剂,采用均匀沉淀法经 1 250 °C 熔烧成功制备出蓝绿色铝酸锶基质长余辉发光材料。实验证实均匀沉淀法是一种较好的合成方法。

2) 确定了合成前驱体沉淀物较佳工艺条件:合成时间 8 h, 尿素用量为理论用量的 4 倍, 终点 pH 值约为 8。

3) 添加硼酸对发光材料的相组成、形貌和发光性能有很大影响。添加硼酸的样品的发射光谱和激发光谱强度、余辉寿命均比不加硼酸的样品的要好。添加 0.8 mol 硼酸的样品的基质相为纯 $\text{Sr}_4\text{Al}_4\text{O}_{25}$ 相, 但其发射光谱的强度有所降低。

REFERENCES

- [1] MATASUZAWA T, AOKI Y, TAKEUCHI N. A new long phosphorescent phosphor with high brightness $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+}, \text{Dy}^{3+}$ [J]. *J Electrochem Soc*, 1996, 43(8): 2670–2673.
- [2] 孙家跃, 杜海燕, 胡文祥. 固体发光材料[M]. 北京: 化学工业出版社, 2002.
SUN Jia-yue, DU Hai-yan, HU Wen-xiang. *Solid phosphorescence*[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2002.
- [3] 李建宇. 稀土发光材料及其应用[M]. 北京: 化学工业出版社, 2003.
LI Jian-yu. *Rare earth luminescent materials and its application* [M]. Beijing: Chemical Industrial Press, 2003.
- [4] 陈国华. 稀土离子激活长余辉发光材料的最新研究进展[J]. 光学技术, 2006, 32(s): 42–49.
CHEN Guo-hua. New progress on rare earths ions activated long afterglow phosphorescent materials[J]. *Optical Technique*, 2006, 32(s): 42–49.
- [5] 张希艳, 卢利平, 王晓春, 刘全生, 柏朝晖, 曹志峰. 固相反应法制备 $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+}, \text{Dy}^{3+}$ 长余辉发光陶瓷及性能表征[J]. 兵工学报, 2004, 25(4): 193–196.
ZHANG Xi-yan, LU Li-ping, WANG Xiao-chun, LIU Quan-sheng, BAI Zhao-hui, CAO Zhi-feng. Preparation and characterization of $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+}, \text{Dy}^{3+}$ long afterglow phosphorescence ceramics by solid phase reaction[J]. *Acta Armamentarii*, 2004, 25(4): 193–196.
- [6] ZHONG Rui-xia, ZHANG Jia-hua, ZHANG Xia, LU Shao-zhe, WANG Xiao-jun. Red phosphorescence in $\text{Sr}_4\text{Al}_4\text{O}_{25}:\text{Cr}^{3+}, \text{Eu}^{2+}, \text{Dy}^{3+}$ through persistent energy transfer[J]. *Applied Physics Letters*, 2006, 88(20): 2019161–2019163.
- [7] WANG Jing, SU Qiang, WANG Shu-bin. A novel red long lasting phosphorescent (LLP) material $\beta\text{-Zn}_3(\text{PO}_4)_2:\text{Mn}^{2+}, \text{Sm}^{3+}$ [J]. *Materials Research Bulletin*, 2005, 40(4): 590–598.
- [8] HAN S D, SINGH K C, CHO T Y, LEE H S, JAKHAR D, HULME J P. Preparation and characterization of long persistence strontium aluminate phosphor[J]. *Journal of Luminescence*, 2008, 128(3): 301–305.
- [9] 王少成, 胡建国, 马林, 张小庆, 王惠琴, 徐燕. 尿素水解合成细粒径高亮度 $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}$ 红色荧光粉[J]. 复旦学报: 自然科学版, 2003, 42(6): 1015–1019.
WANG Shao-cheng, HU Jian-guo, MA Lin, ZHANG Xiao-qing, WANG Hui-qin, XU Yan. Synthesis of fine $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}$ phosphor with high luminescence through urea hydrolyzation[J]. *Journal of Fudan University: Natural Science*, 2003, 42(6): 1015–1019.
- [10] 宋琴姬, 李琳琳, 赵福波, 徐久军. 尿素共沉淀法制备钇铝石榴石粉体及透明陶瓷[J]. 大连海事大学学报, 2006, 32(3): 46–48.
SONG Qin-ji, LI Lin-lin, ZHAO Fu-bo, XU Jiu-jun. Fabrication of YAG powder and translucent ceramics by $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ co-precipitation method[J]. *Journal of Dalian Maritime University*, 2006, 32(3): 46–48.
- [11] 吴莉莉, 吕伟, 吴佑实, 石元昌, 魏慧英, 胡春霞. 均相沉淀法制备氧化镍纳米线[J]. 中国有色金属学报, 2005, 15(1): 61–65.
WU Li-li, LÜ Wei, WU You-shi, SHI Yuan-chang, WEI Hui-ying, HU Chun-xia. Preparation of nickel oxide nanowire by homogeneous precipitation method[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2005, 15(1): 61–65.
- [12] SU Chun-hui, ZHANG Hua-shan, HAN Hui, SONG Qiong, HU Hai-de, ZHANG Hong-bo, HOU Zhao-xia, SHAO Jing. Preparation of neodymium-doped yttrium aluminum garnet transparent ceramics by homogeneous precipitation method[J]. *Journal of Rare Earths*, 2005, 23(6): 716–720.
- [13] ABANTI N, KUTTY T. Role of B_2O_3 on the phase stability and long phosphorescence of $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}, \text{Dy}$ [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2003, 354(1/2): 221–223.
- [14] CHANG Y L, HSIANG H I, LIANG M T. Characterizations of Eu, Dy co-doped SrAl_2O_4 phosphors prepared by the solid-state reaction with B_2O_3 addition[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2008, 461(1/2): 598–603.
- [15] 杨淑珍, 周和平. 无机非金属材料测试实验[M]. 武汉: 武汉工业大学出版社, 1990: 75–82.
YANG Su-zheng, ZHOU He-ping. *The measurement and experiment for ceramic*[M]. Wuhan: Wuhan University of Technology Press, 1990: 75–82.
- [16] 吕兴栋, 舒万良, 方勤. 基质组成对 $x\text{SrO} \cdot y\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{2+}, \text{Dy}^{3+}$ 发光性能的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2007, 36(1): 63–67.
LÜ Xing-dong, SHU Wan-gen, FANG Qin. Effect of composition on luminescent properties of $x\text{SrO} \cdot y\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{2+}, \text{Dy}^{3+}$ [J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2007, 36(1): 63–67.

(编辑 何学锋)